

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/00714

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
Int.Cl<sup>7</sup> C04B35/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
Int.Cl<sup>7</sup> C04B35/00~35/22

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000  
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP, 812810, A2 (Corning Inc.), 17 December, 1997 (17.12.97) & JP, 10-73740, A & US, 5721802, A & US, 5926599, A	1-10
Y	JP, 10-1359, A (Chichibu Onoda Cement Corp.), 06 January, 1998 (06.01.98) (Family: none)	1-10
Y	JP, 1-246177, A (INAX CORP.), 02 October, 1989 (02.10.89) (Family: none)	1-10

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
02 May, 2000 (02.05.00)

Date of mailing of the international search report  
16.05.00

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C04B35/00

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C04B35/00~35/22

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926~1996年

日本国公開実用新案公報 1971~2000年

日本国登録実用新案公報 1994~2000年

日本国実用新案登録公報 1996~2000年

## 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	EP, 812810, A2 (コーニング インコーポレイテッド) 17. 12月. 1997 (17. 12. 97) & JP, 10-73740, A & US, 5721802, A & US, 5926599, A	1~10
Y	JP, 10-1359, A (秩父小野田株式会社) 6. 1月. 19 98 (06. 01. 98) (ファミリーなし)	1~10
Y	JP, 1-246177, A (株式会社イナックス) 2. 10月. 1989 (02. 10. 89) (ファミリーなし)	1~10

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02. 05. 00

国際調査報告の発送日

1 6.05.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

米田 健志

4T

8924

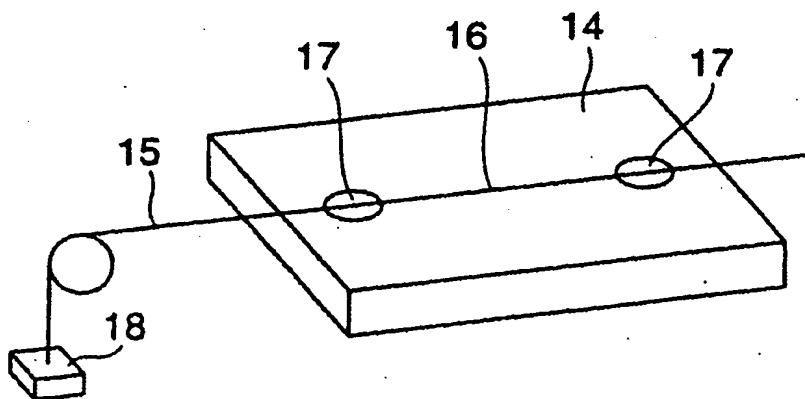
電話番号 03-3581-1101 内線 3465



(51) 国際特許分類7 C04B 35/00	A1	(11) 国際公開番号 WO00/50360  (43) 国際公開日 2000年8月31日(31.08.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP00/00714  (22) 国際出願日 2000年2月9日(09.02.00)  (30) 優先権データ 特願平11/47022      1999年2月24日(24.02.99)      JP 特願平11/52780      1999年3月1日(01.03.99)      JP 特願平11/52793      1999年3月1日(01.03.99)      JP 特願平11/332577      1999年11月24日(24.11.99)      JP  (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 日本電気硝子株式会社 (NIPPON ELECTRIC GLASS CO., LTD.)[JP/JP] 〒520-8639 滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 Shiga, (JP) (72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 俣野高宏(MATANO, Takahiro)[JP/JP] 坂本明彦(SAKAMOTO, Akihiko)[JP/JP] 〒520-8639 滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号 日本電気硝子株式会社内 Shiga, (JP)		(74) 代理人 後藤洋介, 外(GOTO, Yosuke et al.) 〒105-0003 東京都港区西新橋1丁目4番10号 第三森ビル Tokyo, (JP)  (81) 指定国 AU, CA, CN, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)  添付公開書類 国際調査報告書

(54) Title: MATERIAL FOR THERMAL COMPENSATION AND OPTICAL COMMUNICATION DEVICE USING THE MATERIAL

(54) 発明の名称 温度補償用部材及びそれを用いた光通信デバイス



(57) Abstract

A material for temperature compensation consists of a sinter produced by baking any of crystalline powder, crystallized glass powder, and partially crystalline glass powder. The sinter has a negative coefficient of thermal expansion and contains anisotropic crystals in terms of thermal expansion.

(57)要約

結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された1種又は2種以上を焼成することによって得られる焼結体からなり、負の熱膨張係数を有する。内部には熱膨張係数に異方性を示す結晶を含む。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AG	アンティグア・バーブーダ	DZ	アルジェリア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AL	アルバニア	EE	エストニア	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AU	オーストラリア	FR	フランス	LS	レソト	SK	スロヴァキア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BE	ベルギー	GE	グルジア	MA	モロッコ	TD	チャード
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴ
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BJ	ベナン	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BR	ブラジル	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国	TR	トルコ
BY	ベラルーシ	GW	ギニア・ビサウ	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
CA	カナダ	HR	クロアチア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MW	マラウイ	US	米国
CH	スイス	IE	アイルランド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MZ	モザンビーク	VN	ヴェトナム
CM	カメルーン	IN	インド	NE	ニジェール	YU	ユーゴスラヴィア
CN	中国	IS	アイスランド	NL	オランダ	ZA	南アフリカ共和国
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NO	ノルウェー	ZW	ジンバブエ
CU	キューバ	JP	日本	NZ	ニュージーランド		
CY	キプロス	KE	ケニア	PL	ポーランド		
CZ	チェコ	KG	キルギスタン	PT	ポルトガル		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	RO	ルーマニア		
DK	デンマーク	KR	韓国				

## 明 細 書

## 温度補償用部材及びそれを用いた光通信デバイス

## 技術分野

本発明は、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材と、それを用いた光通信デバイスに関するものである。

## 背景技術

光通信技術の進歩に伴い、光ファイバを用いたネットワークが急速に整備されつつある。ネットワークの中では、複数の波長の光を一括して伝送する波長多重技術が用いられるようになり、波長フィルタやカプラ、導波路等が重要なデバイスになりつつある。

この種のデバイスの中には、温度によって特性が変化し、屋外での使用に支障を来すものがあるため、このようなデバイスの特性を温度変化によらずに一定に保つ技術、いわゆる温度補償技術が必要とされている。

温度補償を必要とする光通信デバイスの代表的なものとして、ファイバブラッググレーティング（以下、FBGという）がある。FBGは、光ファイバのコア内に格子状に屈折率変化を持たせた部分、いわゆるグレーティングを形成したデバイスであり、下記の式（1）に示した関係に従って、特定の波長の光を反射する特徴を有している。このため、波長の異なる光信号が1本の光ファイバを介して多重伝送される波長分割多重伝送方式の光通信システムにおける重要な光デバイスとして注目を浴びている。

$$\lambda = 2n\Lambda \quad \cdots \quad (1)$$

ここで、 $\lambda$ は反射波長、 $n$ はコアの実効屈折率、 $\Lambda$ は格子状に屈折率に変化を設けた部分の格子間隔を表す。

しかしながら、このようなFBGは、その周囲温度が変化すると反射波長が変動するという問題がある。反射波長の温度依存性は数1の式を温度 $T$ で微分して

得られる下記の式 (2) で示される。

$$\begin{aligned}\partial \lambda / \partial T &= 2 [ (\partial n / \partial T) \Lambda + n (\partial \Lambda / \partial T) ] \\ &= 2 \Lambda [ (\partial n / \partial T) + n (\partial \Lambda / \partial T) / \Lambda ] \quad \dots (2)\end{aligned}$$

この式 (2) の右辺第2項の  $(\partial \Lambda / \partial T) / \Lambda$  は光ファイバの熱膨張係数に相当し、その値はおよそ  $0.6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  である。一方、右辺第1項は光ファイバのコア部分の屈折率の温度依存性であり、その値はおよそ  $7.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$  である。つまり、反射波長の温度依存性はコア部分の屈折率変化と熱膨張による格子間隔の変化の双方に依存するが、大部分は屈折率の温度変化に起因していることが分かる。

このような反射波長の変動を防止するための手段として、温度変化に応じた張力をFBGに印加し格子間隔を変化させることによって、屈折率変化に起因する成分を相殺する方法が知られている。

この方法の具体例としては、例えば熱膨張係数の小さい合金や石英ガラス等の材料と熱膨張係数の大きなアルミニウム等の金属とを組み合わせた温度補償用部材にFBGを固定する方法が提案されている。すなわち、第1図に示すように、熱膨張係数の小さいインバー（商標）棒10の両端にそれぞれ熱膨張係数の比較的大きなアルミニウム製ブラケット11a、11bを取り付け、これらのアルミニウム製ブラケット11a、11bに、留め金12a、12bを用いて光ファイバ13を所定の張力で引っ張った状態で固定するようにしている。この時、光ファイバ13のグレーティング部分13aが2つの留め金12a、12bの中間にくるようにする。

この状態で周囲温度が上昇すると、アルミニウム製ブラケット11a、11bが伸張し、2つの留め金12a、12b間の距離が短縮するため、光ファイバ13のグレーティング部分13aに印加されている張力が減少する。一方、周囲温度が低下するとアルミニウム製ブラケット11a、11bが収縮し、2つの留め金12a、12b間の距離が増加するため、光ファイバ13のグレーティング部分13aに印加されている張力が増加する。この様に、温度変化によってFBGにかかる張力を変化させることによってグレーティング部の格子間隔を調節することができ、これによって反射中心波長の温度依存性を相殺することができる。

しかしながら、このような温度補償装置は、機構的に複雑になり、その取り扱いが難しいという問題がある。

そこで上記の問題を解消する方法として、WO 97/28480には、第2図に示すように、予め板状に成形した原ガラス体を熱処理することによって結晶化し、負の熱膨張係数を有するガラスセラミック基板14に、FBG15を固定することによってFBG15の張力をコントロールする方法が示されている。尚、第2図中、16はグレーティング部分、17は接着固定部、18は錘を示している。

WO 97/28480に開示の方法は、単一部材で温度補償が行えるため、機構的に簡単であり、取り扱いが容易であるという利点はあるが、使用するガラスセラミックの失透性が強いため、得られる形状としては、板状のような単純な形状に限定され、複雑な形状の部材は製造できないという問題がある。

また、上記以外にも、特開平10-96827号公報には、Zr-タングステン酸塩系、またはHf-タングステン酸塩系からなる負の熱膨張係数を有する温度補償用部材が開示されているが、これらの原料は非常に高価であり、工業製品としての実用化は困難である。しかもこの温度補償用部材は、熱膨張係数が負の方向に大きくなり過ぎるため、FBGの反射中心波長の温度依存性を良好に相殺することが困難となる。さらに、この温度補償用部材は、 $Al_2O_3$ 等の正の熱膨張係数を有する材料を添加することによって熱膨張係数を正の方向に調整することもできるが、このような $Al_2O_3$ 等の材料を添加すると、使用する各材料の膨張差が大きいことに起因して強度が低下するため、工業製品としての実用化は困難である。

それ故に本発明の目的は、負の熱膨張係数を有し、複雑な形状でも成形可能であり、安価に製造可能な温度補償用部材を提供することにある。

本発明の他の目的は、上記温度補償用部材を用いた光通信デバイスを提供することにある。

#### 発明の開示

本発明者等は、上記目的を達成すべく種々の実験を行った結果、多数の粉末粒

子を焼結させ、その焼結体の内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含有させることによって、負の熱膨張係数を有し、複雑な形状に成形可能な温度補償用部材を安価に製造することができることを見だし、本発明を提案するに至った。

本発明によれば、結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された少なくとも1種を焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有することを特徴とする温度補償用部材が得られる。

本発明によれば、結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末の群から選択された少なくとも1種の粉末と、非晶質ガラス粉末、ゾルーゲル法により作製したガラス粉末、ゾル、及びゲルよりなる群から選択された少なくとも1種の添加剤とを混合し、焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有することを特徴とする温度補償用部材が得られる。

本発明によれば、結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された少なくとも1種を焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材を用いてなることを特徴とする光通信デバイスが得られる。

本発明によれば、結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された少なくとも1種の粉末と、非晶質ガラス粉末、ゾルーゲル法により作製したガラス粉末、ゾル、及びゲルよりなる群から選択された少なくとも1種の添加剤とを混合し、焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材を用いてなることを特徴とする光通信デバイスが得られる。

#### 図面の簡単な説明

第1図は、従来のFBGの反射波長の温度変化に対する変動を防止する装置を示す正面図である。

第2図は、表面にFBGを固定した負の熱膨張係数を有するガラスセラミック基板を示す斜視図である。



第3図は、本発明の温度補償用部材となるセラミック焼結体を示す斜視図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

本発明の温度補償用部材は、結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された1種又は2種以上の粉末を多数集積させてから、焼結させることによって作製される。したがって、複雑な形状であっても、プレス成形、キャスト成形、押し出し成形等の方法によって容易に、低コストで成形することが可能である。

前記したWO 97/28480のように、ガラス原料を溶融し、所望の形状に成形した後、熱処理することによって結晶化させることで負の熱膨張係数を有する結晶化ガラスを得る方法では、ガラス融液の失透性がきわめて強く複雑な形状に成形することは次に説明するように不可能である。

得られる結晶化ガラスが温度補償に十分な負の熱膨張係数を有するためには、その結晶化度が100%に近く、かつ析出結晶の組成が純粋な結晶のそれに近いことが必要であるため、原ガラスの組成は必然的に結晶組成に極めて類似したものにならざるを得ない。そのような原ガラス融液は極めて失透性が強く、ノズルからの射出、キャスト、ロールアウト、冷却等の一連の成形プロセスのあらゆる場面で粗大結晶が析出し、ガラス中に大きな膨張差が発生しやすい。その結果、成形時や加工時に表面クラックが生じやすくなるため、複雑な形状の製品は勿論、工業的歩留まりでの生産はほとんど不可能に近い。

これに対して、結晶粉末を使用する場合には、そもそもガラスを溶融する必要がなく、既存の方法で製造された結晶粉末を焼結させるだけで製造できる。また結晶析出性ガラス粉末や部分結晶化ガラス粉末を使用する場合には、一旦ガラスや結晶化ガラスを粉末にしてから所望の形状に焼結させる。したがって、溶融ガラスの失透を配慮する必要がなく、複雑な形状の製品を量産することが可能となる。つまり結晶析出性ガラス粉末や部分結晶化ガラス粉末は、成形工程で粗大結晶が析出しても、粉碎工程で微粒子状となり、均質化されるため、生産性を低下させるといった問題は起きない。

また本発明の温度補償用部材は、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含んでなるため、焼結過程で成長した結晶粒子の冷却中に結晶粒界に多数のマイクロクラックが発生し、全体として負の熱膨張係数、具体的には、 $-40 \sim 100^\circ\text{C}$ の温度範囲において、 $-10 \sim -120 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ （好ましくは $-30 \sim -90 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ ）の熱膨張係数が得られる。そのため、これをFBGの温度補償用部材として用いると、温度変化に応じた張力をFBGに印加し、格子間隔を変化させることによって、屈折率変化に起因する成分を相殺することが可能となる。

本発明では、異方性の熱膨張係数を有する各結晶粒子が、熱処理中にそれぞれの結晶軸方向の熱膨張係数に従って様々な方向に膨張又は収縮し、各結晶粒子が互いに再配列されて充填密度が高くなり、各粒子同士の接触面積が増加する。このことは熱処理中に結晶粒子が互いに融着しあって表面エネルギーを最小にしようとする傾向を促進させ、その結果、高い強度、具体的には、 $10\text{MPa}$ 以上の曲げ強度を有するセラミック部材が得られるようになる。また本発明においては粉末粒子同士の接触面積を大きくするため、粉末の粒径は $50\mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。

尚、熱膨張係数に異方性を示す結晶とは、少なくとも一つの結晶軸方向の熱膨張係数が負であり、他の軸方向には正であるような結晶のことを指す。本発明における結晶粉末としては、 $\beta$ -ユークリプタイトに代表される珪酸塩、 $\text{PbTiO}_3$ 等のチタン酸塩又は $\text{NbZr}(\text{PO}_4)_3$ 等のリン酸塩等及び $\text{La}$ 、 $\text{Nb}$ 、 $\text{V}$ 、 $\text{Ta}$ 等の酸化物の粉末が使用可能であるが、その中でも、特に $\beta$ -ユークリプタイト結晶粉末は、熱膨張係数の異方性が大きいため適している。さらに原料粉末を混合して焼成するいわゆる固相法によって作製された $\beta$ -ユークリプタイト結晶粉末は、原料を一旦溶融する溶融法によって作製されたものに比べ、低温で合成でき粉碎も容易であるため安価に製造できるという利点を有する。

また本発明においては、結晶粉末と、結晶析出性ガラス粉末及び／又は部分結晶化ガラス粉末とを混合してから焼結させると、焼結体の曲げ強度をより向上させることができるため好ましい。これらの混合割合は、結晶粉末を $30 \sim 99$ 体積％と、結晶析出性ガラス粉末及び／又は部分結晶化ガラス粉末を $1 \sim 70$ 体積％が適当である。

さらに本発明においては、結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された１種又は２種以上の粉末と、非晶質ガラス粉末、ゾルーゲル法により作製したガラス粉末、ゾル及びゲルの１種又は２種以上の添加剤とを混合してから焼結させると、焼成温度が低下し、作業性の向上とコストダウンを図ることができる。これらの混合割合は、結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末の１種又は２種以上を５０～９９．９体積％と、添加剤の１種又は２種以上を０．１～５０体積％が適当である。

因みに結晶析出性ガラス粉末とは、熱処理することによって内部に結晶を析出する性質を有するガラス粉末のことである。また部分結晶化ガラス粉末とは、ガラス中に結晶を析出した結晶化ガラス粉末のことである。さらに本発明においては、上記の結晶粉末とは異なる他の種類の結晶粉末（例えば $Al_2O_3$ 粉末）を混合すると、熱膨張係数や強度あるいは化学的性質の調整がより容易になるといった効果が得られる。

本発明の温度補償用部材は、上記したようにプレス成形法、キャスト成形法、押し出し成形法等により、複雑な形状の焼結体を容易に作製することが可能である。例えば焼結体の所定箇所に光学デバイスを配設するための溝や貫通孔を容易に形成することができる。このことは光通信デバイスを作製する上で次の通り大きな利点となる。

例えばＦＢＧの光ファイバは、温度補償用部材に接着剤を用いて接着固定される。温度補償用部材の所定箇所に光学デバイスを配設するための溝や貫通孔が形成されていると、光ファイバの接着加工の際、組み立ての自動化が容易になる。したがって、製造コストが安価になる。尚、溝や貫通孔は、１ヶ所に限定されず、複数箇所に形成しても良い。

また一般にＦＢＧ等のファイバ状の光学デバイスを温度補償用部材に固定するにあたっては、温度補償用部材が固定時の長さより収縮する際に光学デバイスがたわまないよう、予め光学デバイスに張力を付与することが必要であるが、上記の溝や貫通孔の直径を光学デバイスの直径に近づけることにより、使用する接着剤の量を少なくし、薄い接着剤層での固定が可能となる。接着剤層が薄くなれば、接着剤と光学デバイス、温度補償用部材との間の熱膨張差による応力が低減され

るため、溝や貫通孔の全長に亘って接着固定することが可能となり、温度補償用部材が固定時の長さより収縮する場合でも光学デバイスがたわむことがなく、予め張力を付与する必要がなくなり、より簡便な工程で温度補償機能付き光学デバイスを製造することができる。特に温度補償用部材に精密な貫通孔を形成し、その中に光学デバイスが挿入される場合には、温度補償用部材が光学デバイスの位置決め部品としての機能を併せ持つことにもなり、温度補償機能付きデバイスを光ファイバや他のデバイスと接続する際に、それ自身が接続部品としても機能することになる。

本発明の温度補償用部材に光学デバイスを接着する際に使用する接着剤としては、低融点ガラスフリットやエポキシ樹脂が適しているが、特に長期安定性に優れ、低温で接着できるという理由から、アルカリ珪酸塩水溶液（特にケイ酸ナトリウム水溶液、ケイ酸カリウム水溶液）と無機粉末（特に $\beta$ -スポジューメン、 $\beta$ -スポジューメン固溶体、 $\beta$ -ユークリプタイト又は $\beta$ -石英固溶体を析出した $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系結晶化ガラス粉末）からなる接着剤が好適である。

以下、本発明を様々な実施例及び比較例に基づいて詳細に説明する。

#### （実施例 1）

まず $\beta$ -ユークリプタイトの結晶を粉砕することによって、平均粒径が $10\mu\text{m}$ 以下の結晶粉末を得た。その後、この結晶粉末を金型に入れ $20\text{MPa}$ の圧力でプレス成形することによって、第3図に示すような、幅 $4\text{mm}$ 、厚み $3\text{mm}$ 、長さ $40\text{mm}$ の角柱形状で、長手方向の上面中央に亘って、幅 $1\text{mm}$ 、深さ $1\text{mm}$ の溝19aが形成された成形体（圧粉体）19を作製した。

次いで、この成形体19を空气中で $1300^\circ\text{C}$ 、2時間の条件で焼成し、焼結後室温に冷却させることによって、結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成された $\beta$ -ユークリプタイトから成るセラミック焼結体を作製した。

#### （実施例 2）

$\text{Pb}0.9\text{Ca}0.1(\text{Fe}0.5\text{Nb}0.5)0.5\text{Ti}0.5\text{O}_3$ の結晶を粉砕し、平均粒径が $10\mu\text{m}$ 以下の結晶粉末を得た。この結晶粉末を実施例1と同様にプレス成形して成形体を作製した。その成形体を空气中で $1320^\circ\text{C}$ 、10時間の条件で焼成し、焼結させることによって、結晶粒界に多数のマイクロ

ラックが形成された  $PbO \cdot 9CaO \cdot 1(FeO \cdot 5NbO \cdot 5)O \cdot 5TiO \cdot 5O_3$  から成るセラミック焼結体を作製した。

(実施例 3)

まず  $\beta$ -ユークリプタイトの結晶を粉砕することによって、平均粒径が  $10 \mu m$  以下の結晶粉末を得た。次いで、この結晶粉末に、これと同じ平均粒径を有し、主成分が  $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $MgO$  からなり、加熱によってコーディエライトを析出するガラスの粉末を体積で 35% 混合した後、実施例 1 と同様にプレス成形して成形体を作製した。その成形体を空气中で  $1300^\circ C$ 、10 時間の条件で焼成し、焼結させることによって結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成された  $\beta$ -ユークリプタイト固溶体を含む焼結体を作製した。

(実施例 4)

まず  $NbZr(PO_4)_3$  の結晶を粉砕することによって、平均粒径が  $10 \mu m$  以下の結晶粉末を得た。次いで、この結晶粉末にこれと同じ平均粒径を有する  $Al_2O_3$  粉末を 10% 混合して混合粉末を得た。この混合粉末に水を加えてスラリー状に混練した後、所定の形状を有する石膏型に流し込んで乾燥脱型してキャスト成形体を作製した。このキャスト成形体を空气中で  $1350^\circ C$ 、5 時間の条件で焼成し、焼結させることによって、実施例 1 と同様の形状を有し、結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成された  $NbZr(PO_4)_3$  を含む焼結体を作製した。

(実施例 5)

まず  $\beta$ -ユークリプタイトの結晶を粉砕することによって、平均粒径が  $10 \mu m$  以下の結晶粉末を得た。次いで、この結晶粉末に、これと同じ平均粒径を有し、主成分が  $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $Li_2O$  からなり、加熱によって  $\beta$ -石英固溶体または  $\beta$ -スポジュメン固溶体を析出するガラスの粉末を体積で 35% 混合して混合粉末を得た。この混合粉末を実施例 4 と同様にキャスト成形してキャスト成形体を作製した。そのキャスト成形体を空气中で  $1300^\circ C$ 、2 時間の条件で焼成し、焼結させることによって、結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成された  $\beta$ -ユークリプタイト固溶体の結晶を含む焼結体を作製した。

(実施例 6)

まず  $\beta$ -ユークリプタイトの結晶を粉砕することによって、平均粒径が  $10 \mu m$

m以下の結晶粉末を得た。次いでこの結晶粉末にこれと同じ平均粒径を有するNbZr(P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)<sub>3</sub>結晶を体積で30%混合して混合粉末を得た。この混合粉末を実施例1と同様にプレス成形して成形体を作製した。その成形体を空气中で1300℃、5時間の条件で焼成し、焼結させることによって、β-ユークリプタイト結晶とNbZr(P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)<sub>3</sub>結晶とを含み、結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成された焼結体を作製した。

(実施例7)

まず重量百分率で、SiO<sub>2</sub> 46%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 41%、Li<sub>2</sub>O 9%、TiO<sub>2</sub> 1%、ZrO<sub>2</sub> 3%の組成となるように調合したガラス原料を得た。このガラス原料を白金坩堝内で1550℃で6時間熔融し、次いでこれを水砕した後、ボールミルで粉碎し、分級して平均粒径が10μmの結晶析出性ガラス粉末を得た。

次に、この結晶析出性ガラス粉末を実施例1と同様にプレス成形して成形体を作製した。この成形体を1350℃、10時間の条件で加熱してから、降温速度200℃/時間の条件で冷却することによってセラミック焼結体を作製した。

(実施例8)

まず実施例7と同様の組成を有するガラスの水砕物を900℃、1時間の条件で加熱した後、降温速度200℃/時間の条件で冷却することによって、内部にβ-石英固溶体結晶を析出し、結晶化度が約80%の部分結晶化ガラスを得た。

次に、この部分結晶化ガラスをボールミルで粉碎し、分級することによって平均粒径が10μmの部分結晶化ガラス粉末とした。このガラス粉末を実施例1と同様にプレス成形して成形体を作製した。この成形体を1350℃、10時間の条件で加熱してから、降温速度200℃/時間の条件で冷却することによってセラミック焼結体を作製した。

(実施例9)

β-ユークリプタイトの結晶を粉碎し、平均粒径が10μmの結晶粉末を作製した。また、重量百分率で、SiO<sub>2</sub> 63%、Na<sub>2</sub>O 6%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 6%、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 20%、K<sub>2</sub>O 2%、BaO 3%の組成を有する非晶質ガラス粉末(平均粒径10μm)を作製した。その後、上記の結晶粉末85体積%と、非晶質ガ

ラス粉末15体積%体積を混合し、これらを金型に入れ、20MPaの圧力でプレス成形することによって、実施例1と同様の成形体を作製した。

次いで、この成形体を空気中で、1000℃、1時間の条件で焼成し、焼結させることによって、内部に $\beta$ -ユークリプタイト結晶を含み、結晶相中に多数のマイクロクラックが形成されたセラミック焼結体を作製した。

(実施例10)

$PbO \cdot 0.9CaO \cdot 1(FeO \cdot 0.5NbO \cdot 0.5)O \cdot 0.5TiO \cdot 0.5O_3$ の結晶を粉砕することによって、平均粒径が $10\mu m$ の結晶粉末を作製した。また、重量百分率で、 $SiO_2$  65%、 $Al_2O_3$  22%、 $Li_2O$  5%、 $K_2O$  2%、 $P_2O_5$  2%、 $MgO$  1%、 $ZnO$  3%の組成を有し、加熱することによって内部に $\beta$ -石英固溶体結晶を析出する性質の結晶析出性ガラス粉末（平均粒径 $10\mu m$ ）を作製した。

その後、上記の結晶粉末85体積%と、結晶析出性ガラス粉末15体積%を混合し、これらを金型に入れ、20MPaの圧力でプレス成形することによって実施例1と同様の成形体を作製した。

次いでこの成形体を空気中で、1200℃、3時間の条件で焼成し、焼結させることによって、内部に $PbO \cdot 0.9CaO \cdot 1(FeO \cdot 0.5NbO \cdot 0.5)O \cdot 0.5TiO \cdot 0.5O_3$ の結晶と $\beta$ -ユークリプタイト結晶を含み、結晶相中に多数のマイクロクラックが形成されたセラミック焼結体を作製した。

(実施例11)

平均粒径が $10\mu m$ の $\beta$ -石英固溶体粉末を準備した。また、重量百分率で、 $SiO_2$  67%、 $Al_2O_3$  23%、 $Li_2O$  5%、 $P_2O_5$  1.4%、 $ZrO_2$  2.3%、 $SnO_2$  1.3%の組成を有し、加熱することによって $\beta$ -石英固溶体結晶を析出する性質の結晶析出性ガラス粉末（平均粒径 $10\mu m$ ）を作製した。

その後、上記の結晶粉末60体積%と、結晶析出性ガラス粉末40体積%を混合し、これらを金型に入れ、20MPaの圧力でプレス成形することによって実施例1と同様の成形体を作製した。

次いで、この成形体を空気中で、1200℃、5時間の条件で焼成し、焼結さ

せることによって、内部に $\beta$ -石英固溶体結晶相中に多数のマイクロクラックが形成されたセラミック焼結体を作製した。

(実施例 12)

実施例 1 と同様の $\beta$ -ユークリプタイト結晶粉末 80 体積%と、ゾルーゲル法で作製した $\text{SiO}_2$ ガラス粉末(平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ ) 20 体積%を混合して混合粉末を得た。この混合粉末に水を加えて粘土状にした後、押し出し成形によって、外径 $3\text{ mm}$ 、内径 $0.3\text{ mm}$ のチューブ状成形体を作製した。

次いで、この成形体を空気中で、 $1200^\circ\text{C}$ 、12 時間の条件で焼成し、焼結させることによって、内部に多数の $\beta$ -ユークリプタイト結晶を含み、結晶中に多数のマイクロクラックが形成されたセラミック焼結体を作製した。

(実施例 13)

実施例 1 と同様の $\beta$ -ユークリプタイト結晶粉末 60 重量%と、濃度 10%の $\text{Al}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$ 溶液 40 重量%を混合して混合原料を得た。この混合原料を $120^\circ\text{C}$ の温度で乾燥させた後、金型に入れ、 $20\text{ MPa}$ の圧力でプレス成形することによって実施例 1 と同様の成形体を作製した。

次いで、この成形体を空気中で、 $900^\circ\text{C}$ 、5 時間の条件で焼成し、焼結させることによって、内部に $\beta$ -ユークリプタイトおよびアルミナの結晶を含み、結晶相中に多数のマイクロクラックが形成されたセラミック焼結体を作製した。

(実施例 14)

平均粒径が $15\text{ }\mu\text{m}$ の $\text{NbZr}(\text{PO}_4)_3$ 結晶粉末 80 体積%と、重量百分率で、 $\text{SiO}_2$  65%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  6%、 $\text{Li}_2\text{O}$  1%、 $\text{B}_2\text{O}_3$  20%、 $\text{BaO}$  3%、 $\text{F}$  0.5%、 $\text{Na}_2\text{O}$  2.5%、 $\text{K}_2\text{O}$  2%からなる非晶質ガラス粉末(平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ ) 20 体積%を混合して混合粉末を得た。この混合粉末を金型に入れ、 $20\text{ MPa}$ の圧力でプレス成形することによって実施例 1 と同様の成形体を作製した。

次いで、この成形体を空気中で、 $1100^\circ\text{C}$ 、2 時間の条件で焼成し、焼結させることによって、内部に $\text{NbZr}(\text{PO}_4)_3$ 結晶を含み、結晶中に多数のマイクロクラックが形成されたセラミック焼結体を作製した。

(実施例 15)



平均粒径が $5\mu\text{m}$ の $\text{SnO}_2$ 粉末50体積%と、 $\beta$ -ユークリプタイト結晶を80体積%析出した部分結晶化ガラス粉末50体積%を混合して混合粉末を得た。この混合粉末を金型に入れ、20MPaの圧力でプレス成形することによって実施例1と同様の成形体を作製した。

次いで、この成形体を空気中で、1300℃、10時間の条件で焼成し、焼結させることによって、内部に $\text{SnO}_2$ および $\beta$ -ユークリプタイトの結晶を含み、結晶中に多数のマイクロクラックが形成されたセラミック焼結体を作製した。

(実施例16)

実施例1と同様の $\beta$ -ユークリプタイト結晶粉末55体積%と、重量百分率で、 $\text{SiO}_2$  65%、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  22%、 $\text{Li}_2\text{O}$  5%、 $\text{K}_2\text{O}$  2%、 $\text{P}_2\text{O}_5$  2%、 $\text{MgO}$  1%、 $\text{ZnO}$  3%の組成を有し、加熱することによって内部に $\beta$ -石英固溶体結晶を析出する性質の結晶析出性ガラス粉末（平均粒径 $10\mu\text{m}$ ）を45体積%を混合して混合粉末を得た。この混合粉末を金型に入れ、20MPaの圧力でプレス成形することによって実施例1と同様の成形体を作製した。

次いで、この成形体を空気中で、1250℃、5時間の条件で焼成し、焼結させることによって、内部に $\beta$ -ユークリプタイト結晶を含み、結晶相中に多数のマイクロクラックが形成されたセラミック焼結体を作製した。

(比較例1)

$\text{Li}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:\text{SiO}_2$ のモル比が1:1:2であるようなガラス融液を金型に鑄込んで冷却し、実施例1と同様の形状に成形した後、1300℃で15時間焼成することによって結晶相中に多数のマイクロクラックを含む $\beta$ -ユークリプタイトから成る結晶化ガラスを得た。

(比較例2)

平均粒径が $1.0\mu\text{m}$ の $\text{SnO}_2$ 粉末60体積%と、主成分が $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ からなり、加熱によって $\beta$ -石英固溶体または $\beta$ -スポジュウメン固溶体を析出し、平均粒径が $10\mu\text{m}$ のガラス粉末40体積%を混合した混合粉末を得た。この混合粉末を金型に入れ、20MPaの圧力することによって実施例1と同様の形状にプレス成形して成形体を作製した。この成形体を空気中で1400℃、15時間の条件で焼成し、焼結させることによって、セラミック焼結体を

作製した。この焼結体は、内部に  $\text{SnO}_2$  の結晶を含んでいたが、結晶相中にマイクロクラックは形成されていなかった。

(比較例 3)

平均粒径が  $5\ \mu\text{m}$  の  $\text{SnO}_2$  粉末を実施例 1 と同様の形状にプレス成形して成形体を作成した。この成形体を、空气中で  $1400^\circ\text{C}$ 、15 時間の条件で焼成し、焼結させることによってセラミック焼結体を作製した。この焼結体は、内部に  $\text{SnO}_2$  結晶を含んでいたが、結晶中にマイクロクラックは形成されていなかった。

こうして作製した実施例と比較例のセラミック焼結体について、熱膨張係数と曲げ強度を測定し、その結果を表 1 に示した。

表 1

	熱膨張係数 ( $\times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ )	曲げ強度 (MPa)	成形性
実施例 1	-80	15	良
実施例 2	-45	20	良
実施例 3	-66	30	良
実施例 4	-51	25	良
実施例 5	-78	30	良
実施例 6	-60	25	良
実施例 7	-69	28	良
実施例 8	-69	28	良
実施例 9	-72	45	良
実施例 10	-55	30	良
実施例 11	-45	20	良
実施例 12	-85	35	良
実施例 13	-80	20	良
実施例 14	-40	40	良
実施例 15	-30	20	良
実施例 16	-80	20	良
比較例 1	-80	20	不良
比較例 2	+30	25	良
比較例 3	+40	20	良

表 1 から明らかなように、実施例の各セラミック焼結体は、 $-30 \sim -85 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$  の負の熱膨張係数を有し、曲げ強度が  $15\text{ MPa}$  以上と高く、しかも所

望形状の溝が形成されており、特にF B Gに使用する温度補償用部材として適していた。

一方、比較例1の結晶化ガラスは、成形時に著しい失透を生じて粗大結晶が析出し、表面に多数のクラックが発生した。また比較例2、3のセラミック焼結体は、熱膨張係数が正であるため、温度補償用部材としては使用できないものであった。

尚、表1中の熱膨張係数は、ディラトメーターによって $-40 \sim 100^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における熱膨張係数を測定したものであり、曲げ強度は、各セラミック焼結体を $3\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 35\text{ mm}$ の板状に成形加工し、J I S R 1 6 0 1に準拠して三点加重曲げ試験法によって測定したものである。また成形性は、第1図に示す成形体を精度良く作製できた場合は「良」とし、成形体の表面にクラックが発生して精度良く作製できなかった場合は「不良」とした。さらに結晶相の同定は、X線回折によって調べ、また走査型電子顕微鏡を用いてマイクロクラックの有無を観察した。

上述した実施例1～16の温度補償用部材はいずれも、負の熱膨張係数を有し、複雑な形状の部材であっても容易に、しかも低コストで成形することが可能である。

#### 産業上の利用可能性

本発明の温度補償用部材は、F B Gを始めとして、カプラ、導波路等の光通信デバイスの温度補償用部材として適している。

## 請 求 の 範 囲

1. 結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された少なくとも1種を焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有することを特徴とする温度補償用部材。
2. 結晶粉末が、珪酸塩、リン酸塩、チタン酸塩及びLa、Nd、V、及びTaの各酸化物よりなる群から選択された少なくとも1種の粉末である請求項1記載の温度補償用部材。
3. 結晶粉末が、固相法によって作製された $\beta$ -ユークリプタイト結晶の粉末である請求項1記載の温度補償用部材。
4. 粉末の平均粒径が、 $50\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1記載の温度補償用部材。
5. 熱膨張係数が、 $-40\sim 100^{\circ}\text{C}$ の温度範囲において、 $-10\sim -120\times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ である請求項1記載の温度補償用部材。
6. 結晶粉末と、結晶析出性ガラス粉末及び部分結晶化ガラス粉末の少なくとも一方とを混合し、焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有する請求項1記載の温度補償用部材。
7. 結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末の群から選択された少なくとも1種の粉末と、非晶質ガラス粉末、ゾルーゲル法により作製したガラス粉末、ゾル、及びゲルよりなる群から選択された少なくとも1種の添加剤とを混合し、焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有することを特徴とする温度補償用部材。
8. 結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された少なくとも1種を焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有する温度補償

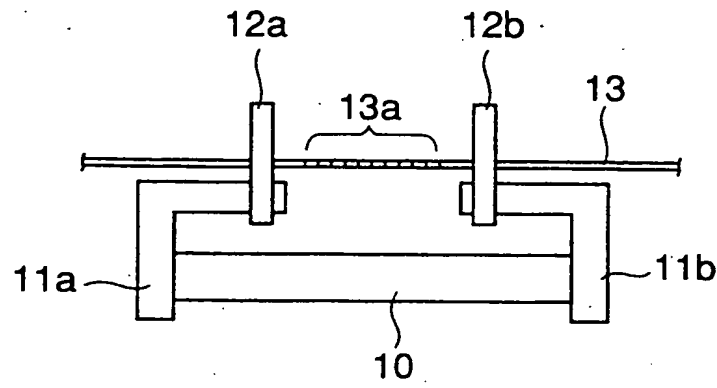
用部材を用いてなることを特徴とする光通信デバイス。

9. 結晶粉末と、結晶析出性ガラス粉末及び部分結晶化ガラス粉末の少なくとも一方とを混合し、焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材を用いてなる請求項8記載の光通信デバイス。

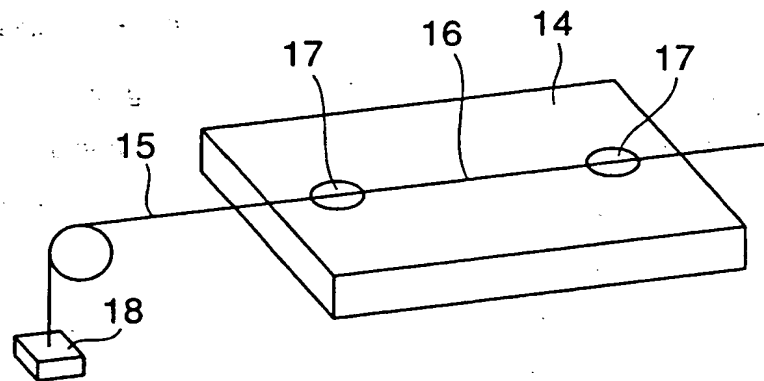
10. 結晶粉末、結晶析出性ガラス粉末、及び部分結晶化ガラス粉末よりなる群から選択された少なくとも1種の粉末と、非晶質ガラス粉末、ゾルーゲル法により作製したガラス粉末、ゾル、及びゲルよりなる群から選択された少なくとも1種の添加剤とを混合し、焼成することによって得られる焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材を用いてなることを特徴とする光通信デバイス。

1/1

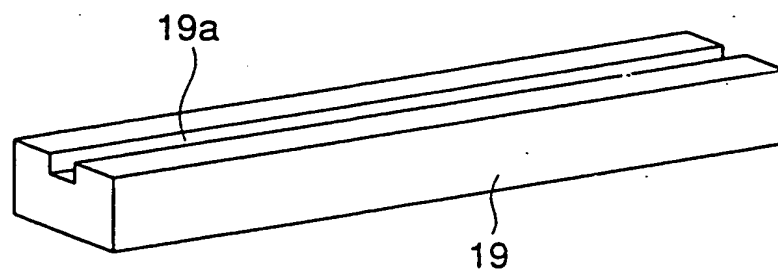
第 1 図



第 2 図



第 3 図



E P



P C T

## 国際調査報告

(法 8 条、法施行規則第40、41条)  
〔P C T 1 8 条、P C T 規則43、44〕

出願人又は代理人 の書類記号 M-9138	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(P C T / I S A / 2 2 0 ) 及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 P C T / J P 0 0 / 0 0 7 1 4	国際出願日 (日.月.年) 09.02.00	優先日 (日.月.年) 24.02.99
出願人 (氏名又は名称) 日本電気硝子株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条 (P C T 1 8 条) の規定に従い出願人に送付する。  
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 2 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

## 1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない (第 I 欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している (第 II 欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第 III 欄に示されているように、法施行規則第47条 (P C T 規則38.2(b)) の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から 1 カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、  
第 2 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☒ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl<sup>7</sup> C04B35/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
Int. Cl<sup>7</sup> C04B35/00~35/22

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926~1996年  
日本国公開実用新案公報 1971~2000年  
日本国登録実用新案公報 1994~2000年  
日本国実用新案登録公報 1996~2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	EP, 812810, A2 (コーニング インコーポレイテッド) 17. 12月. 1997 (17. 12. 97) & JP, 10-73740, A & US, 5721802, A & US, 5926599, A	1~10
Y	JP, 10-1359, A (秩父小野田株式会社) 6. 1月. 19 98 (06. 01. 98) (ファミリーなし)	1~10
Y	JP, 1-246177, A (株式会社イナックス) 2. 10月. 1989 (02. 10. 89) (ファミリーなし)	1~10

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

\* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02. 05. 00

国際調査報告の発送日

1 6.05.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

米田 健志



4T

8924

電話番号 03-3581-1101 内線 3465



# PCT

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

6T  
Translation

Applicant's or agent's file reference M-9138	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/JP00/00714	International filing date (day/month/year) 09 February 2000 (09.02.00)	Priority date (day/month/year) 24 February 1999 (24.02.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C04B 35/00		
Applicant NIPPON ELECTRIC GLASS CO., LTD.		

<p>1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.</p> <p>2. This REPORT consists of a total of <u>3</u> sheets, including this cover sheet.</p> <p><input type="checkbox"/> This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).</p> <p>These annexes consist of a total of _____ sheets.</p>
<p>3. This report contains indications relating to the following items:</p> <p>I <input checked="" type="checkbox"/> Basis of the report</p> <p>II <input type="checkbox"/> Priority</p> <p>III <input type="checkbox"/> Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</p> <p>IV <input type="checkbox"/> Lack of unity of invention</p> <p>V <input checked="" type="checkbox"/> Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</p> <p>VI <input type="checkbox"/> Certain documents cited</p> <p>VII <input type="checkbox"/> Certain defects in the international application</p> <p>VIII <input type="checkbox"/> Certain observations on the international application</p>

Date of submission of the demand 08 June 2000 (08.06.00)	Date of completion of this report 02 March 2001 (02.03.2001)
Name and mailing address of the IPEA/JP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

## INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/JP00/00714

## I. Basis of the report

## 1. With regard to the elements of the international application:\*

- ☒ the international application as originally filed
- ☐ the description:  
pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the claims:  
pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, as amended (together with any statement under Article 19  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings:  
pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_
- ☐ the sequence listing part of the description:  
pages \_\_\_\_\_, as originally filed  
pages \_\_\_\_\_, filed with the demand  
pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_

2. With regard to the **language**, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language \_\_\_\_\_ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages \_\_\_\_\_
- ☐ the claims, Nos. \_\_\_\_\_
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).\*\*

\* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

\*\* Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

**V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement****1. Statement**

Novelty (N)	Claims	1-10	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims		YES
	Claims	1-10	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-10	YES
	Claims		NO

**2. Citations and explanations**

Document 1: EP, 812810, A2 (Corning Inc.)  
Document 2: JP, 10-1359, A (Chichibu Onoda Cement Corp.)  
Document 3: JP, 1-246177, A (INAX Corp.)

**Claims 1-10:**

Document 1 discloses an optical device that utilizes a support with a near-zero or negative coefficient of thermal expansion.

Document 2 discloses a method in which crystalline powder and/or non-crystalline powder is molded into a desired form and heat-processed at high temperature as one method for producing low thermal-expansive ceramics that require lithium aluminosilicate crystallization.

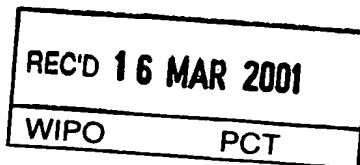
Document 3 discloses ceramics with a low coefficient of thermal expansion which are formed by molding and sintering a powder that includes powdered lithia glass as one of its starting materials.

A person skilled in the art could conceive of producing a support as in Document 1 using a sintering method such as seen in Documents 2 and 3 to limit the coefficient of thermal expansion to certain values.

PCT


国際予備審査報告

(法第12条、法施行規則第56条)  
[PCT36条及びPCT規則70]



出願人又は代理人 M-9138 の書類記号	今後の手続きについては、国際予備審査報告の送付通知(様式PCT/ IPEA/416)を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JP00/00714	国際出願日 (日.月.年) 09.02.00	優先日 (日.月.年) 24.02.99
国際特許分類(IPC) Int. Cl <sup>7</sup> C04B35/00		
出願人(氏名又は名称) 日本電気硝子株式会社		

1. 国際予備審査機関が作成したこの国際予備審査報告を法施行規則第57条(PCT36条)の規定に従い送付する。
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で <u>3</u> ページからなる。  <input type="checkbox"/> この国際予備審査報告には、附属書類、つまり補正されて、この報告の基礎とされた及び/又はこの国際予備審査機関に対してした訂正を含む明細書、請求の範囲及び/又は図面も添付されている。 (PCT規則70.16及びPCT実施細則第607号参照) この附属書類は、全部で <u>                    </u> ページである。
3. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。  I <input checked="" type="checkbox"/> 国際予備審査報告の基礎 II <input type="checkbox"/> 優先権 III <input type="checkbox"/> 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成 IV <input type="checkbox"/> 発明の単一性の欠如 V <input checked="" type="checkbox"/> PCT35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明 VI <input type="checkbox"/> ある種の引用文献 VII <input type="checkbox"/> 国際出願の不備 VIII <input type="checkbox"/> 国際出願に対する意見

国際予備審査の請求書を受理した日 08.06.00	国際予備審査報告を作成した日 02.03.01	
名称及びあて先 日本国特許庁(IPEA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官(権限のある職員)  米田 健志 	4T 8924  電話番号 03-3581-1101 内線 3465

## I. 国際予備審査報告の基礎

1. この国際予備審査報告は下記の出願書類に基づいて作成された。(法第6条(PCT14条)の規定に基づく命令に  
応答するために提出された差し替え用紙は、この報告書において「出願時」とし、本報告書には添付しない。  
PCT規則70.16, 70.17)

☒ 出願時の国際出願書類

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 出願時に提出されたもの  
明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 出願時に提出されたもの  
請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 PCT19条の規定に基づき補正されたもの  
請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 出願時に提出されたもの  
図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
図面 第 \_\_\_\_\_ ページ/図、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの
- ☐ 明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 出願時に提出されたもの  
明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 国際予備審査の請求書と共に提出されたもの  
明細書の配列表の部分 第 \_\_\_\_\_ ページ、 \_\_\_\_\_ 付の書簡と共に提出されたもの

2. 上記の出願書類の言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願の言語である。

上記の書類は、下記の言語である \_\_\_\_\_ 語である。

- ☐ 国際調査のために提出されたPCT規則23.1(b)にいう翻訳文の言語  
☐ PCT規則48.3(b)にいう国際公開の言語  
☐ 国際予備審査のために提出されたPCT規則55.2または55.3にいう翻訳文の言語
3. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際予備審査報告を行った。

- ☐ この国際出願に含まれる書面による配列表  
☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出された書面による配列表  
☐ 出願後に、この国際予備審査(または調査)機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表  
☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった  
☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

4. 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 \_\_\_\_\_ ページ  
☐ 請求の範囲 第 \_\_\_\_\_ 項  
☐ 図面 図面の第 \_\_\_\_\_ ページ/図

5. ☐ この国際予備審査報告は、補充欄に示したように、補正が出願時における開示の範囲を越えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。(PCT規則70.2(c) この補正を含む差し替え用紙は上記1.における判断の際に考慮しなければならず、本報告に添付する。)

## V. 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条(PCT35条(2))に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

## 1. 見解

新規性(N)

請求の範囲

1~10

有

請求の範囲

無

進歩性(IS)

請求の範囲

1~10

有

請求の範囲

1~10

無

産業上の利用可能性(IA)

請求の範囲

1~10

有

請求の範囲

無

## 2. 文献及び説明(PCT規則70.7)

文献1: EP, 812810, A2 (CORNING INCORPORATE D)

文献2: JP, 10-1359, A (秩父小野田株式会社)

文献3: JP, 1-246177, A (株式会社イナックス)

請求項1~10について

文献1には、ゼロに近いまたは負の熱膨張係数を有する支持体を用いた光学装置が記載されている。

文献2には、リチウムアルミノシリケート結晶を必須とする低熱膨張性のセラミックスを製造する方法の一つとして、結晶性粉末および/または非晶質粉末を所望の形状に成形し高温で熱処理する方法が記載されている。

文献3には、一部の原料としてリチア系のガラス粉を含む原料粉を成形、焼結する熱膨張率の小さいセラミックスが記載されている。

文献1において支持体を文献2, 3にみられるような焼結法により製造し熱膨張率を一定の数値に限定することは当業者が適宜なし得るものと認められる。

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION  
(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Assistant Commissioner for Patents  
United States Patent and Trademark  
Office  
Box PCT  
Washington, D.C.20231  
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing:

31 August 2000 (31.08.00)

International application No.:

PCT/JP00/00714

Applicant's or agent's file reference:

M-9138

International filing date:

09 February 2000 (09.02.00)

Priority date:

24 February 1999 (24.02.99)

Applicant:

MATANO, Takahiro et al

1. The designated Office is hereby notified of its election made:



in the demand filed with the International preliminary Examining Authority on:

08 June 2000 (08.06.00)



in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was



was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des Colombettes  
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No.: (41-22) 740.14.35

Authorized officer:

J. Zahra

Telephone No.: (41-22) 338.83.38